



JP-A-2004-43794

\* NOTICES \*

JPO and NCIP are responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.

2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.

3. In the drawings, any words are not translated.

---

CLAIMS

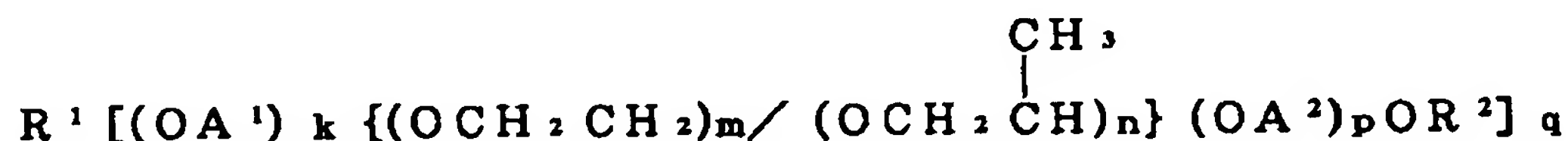
---

[Claim(s)]

[Claim 1]

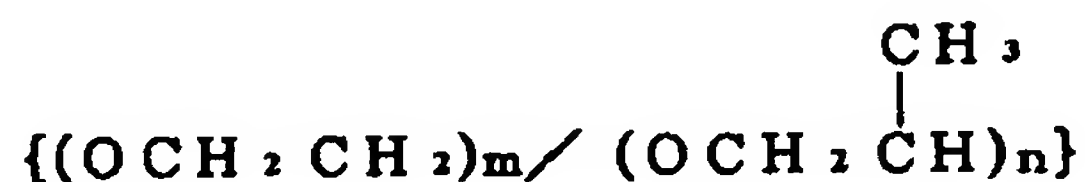
Lubricant for metalworking whose (B) it is expressed with the following general formula (1), and consists of the aliphatic series monocarboxylic acid and/or dicarboxylic acid (B) of the polyether (A) whose HLB is 8.5 or more and, whose weight average molecular weight is 1,000-10,000, and carbon numbers 8-12, and a compounding ratio is the 1 - 400 weight section to (A) 100 weight section.

[Formula 1]



residue; R2 excluding [ the inside of [type and R1 ] the fatty alcohol of q \*\* of carbon numbers 1-8 to q OH radicals -- alkyl group; A1 of H or carbon numbers 1-8, and A2 -- a carbon number -- one or more sorts of alkylene group; k of 3 or 4 -- 0 or 1 or more integers; -- m and n -- one or more integers -- it is -- and m+n -- more than 10; p -- one or more integers; q -- integer [ of 1-8 ];

[Formula 2]



the oxyethylene (Pori) / (Pori) oxypropylene chain which carried out \*\* random association are expressed, and even if q k, m, n, p, and R2 in case; q is 2-8 are the same respectively, they may differ.]

[Claim 2]

Furthermore, lubricant according to claim 1 which comes to carry out 1-40 weight section combination of the alkylene oxide addition product (C) of fatty amine to the 100 weight sections (aforementioned [ A ]).

[Claim 3]

Lubricant according to claim 1 or 2 whose numbers of N atom content are 2-6 and whose above (C) is the compound which 0.5-2 mols per N atom of alkylene oxide added.

[Claim 4]

Any of claims 1-3 whose percentages of the unit (OCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>) in [ all / in the above (A) ] an oxy-alkylene group are 20 - 70-mol %, or lubricant of a publication.

[Claim 5]

Any of claims 1-4 said whose q is 1-3, or lubricant of a publication.

[Claim 6]

The lubricant constituent for metalworking which consists of any of claims 1-5, the lubricant of a publication and an antioxidant, an extreme pressure additive, a rust-proofer, and one or more sorts of additives chosen from the group which consists of a defoaming agent.

---

[Translation done.]

\* NOTICES \*

JPO and NCIP are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.

2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.

3. In the drawings, any words are not translated.

---

## DETAILED DESCRIPTION

---

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention]

This invention relates to the lubricant for polyether system metalworking.

[0002]

[Description of the Prior Art]

As for the metalworking fluid used for processing of polish, cutting, etc. of cutting oil, a sliding-surface lubricating oil, rolling oil, a drawing oil, a press oil, a forging oil, an aluminum disk, and a silicon wafer, water solubility, low-foaming property, lubricity, and oil separability are required. As lubricant for metalworking of the water-soluble conventional polyether system, an oxyethylene (following, EO, and brief sketch) unit is introduced, water solubility is given, and in order to fill lubricity further, the polyether which made molecular weight 2,000 or more is used. However, since a bubble will become easy to form if the molecular weight of a polyether is raised, in order to control a bubble, the metalworking fluid which carried out block addition of the propylene oxide (the following, PO, and brief sketch) further is proposed by the ethyleneoxide addition product (for example, patent reference 1).

Moreover, in order to improve waste-water-treatment nature, what carried out random addition of EO and the PO at polyhydric alcohol, and carried out block addition of the PO further, EO addition product of alcohol, and the lubricant which used together what added the alkylene oxide of carbon numbers 3-4 to polyhydric alcohol are proposed (for example, patent reference 2).

[0003]

[Patent reference 1]

JP,8-231977,A

[Patent reference 2]

JP,58-145791,A

[0004]

[Problem(s) to be Solved by the Invention]

However, these processing oils did not have enough lubricity and had the problem that separability with oil, such as a sliding-surface oil to mix, was bad.

This invention aims at offering the lubricant for metalworking excellent in lubricity, low foamability, and oil separability.

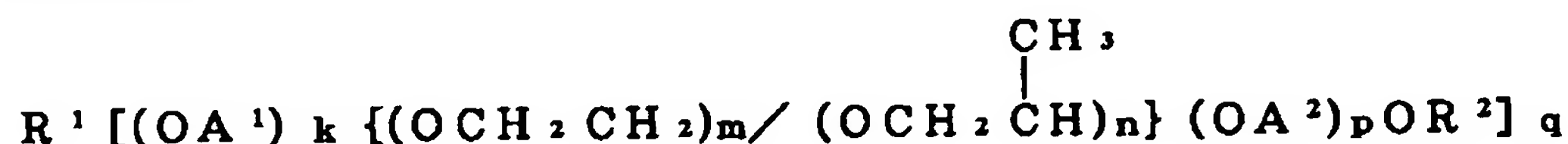
[0005]

[Means for Solving the Problem]

this invention persons reached this invention, as a result of inquiring wholeheartedly in view of the above-mentioned trouble. That is, for this invention, (B) is the lubricant for metalworking whose compounding ratio it is expressed with the following general formula (1), and consists of the aliphatic series monocarboxylic acid and/or dicarboxylic acid (B) of the polyether (A) whose HLB is 8.5 or more and, whose weight average molecular weight is 1,000-10,000, and carbon numbers 8-12, and is the 1 - 400 weight section to (A) 100 weight section.;

[0006]

[Formula 3]

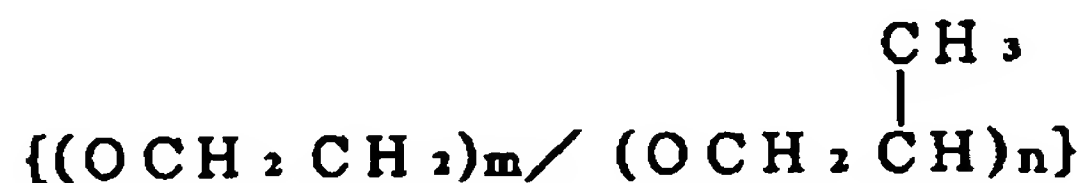


[0007]

residue; R2 excluding [ the inside of [type and R1 ] the fatty alcohol of q \*\* of carbon numbers 1-8 to q OH radicals -- alkyl group; A1 of H or carbon numbers 1-8, and A2 -- a carbon number -- one or more sorts of alkylene group; k of 3 or 4 -- 0 or 1 or more integers; -- m and n -- one or more integers -- it is -- and m+n -- more than 10; p -- one or more integers; q -- integer [ of 1-8 ];

[0008]

[Formula 4]



[0009]

the oxyethylene (Pori) / (Pori) oxypropylene chain which carried out \*\* random association are expressed, and even if q, k, m, n, p, and R2 in case; q is 2-8 are the same respectively, they may differ.]

It is the constituent for metalworking which consists of one or more sorts of additives chosen from the group which becomes a list from the above-mentioned lubricant and an antioxidant, an extreme pressure additive, a rust-proofer, and a defoaming agent.

[0010]

[Embodiment of the Invention]

In a general formula (1), the straight chain which R1 is the residue excluding q OH radicals from the fatty alcohol of q \*\* of carbon numbers 1-8, for example, may have ether linkage, or the aliphatic hydrocarbon radical of q \*\* of branching is mentioned. If the carbon number of R1 exceeds 8, the water solubility of (A) will worsen. It is the residue excluding q OH

radicals from the fatty alcohol of carbon numbers 1-6 preferably.

q is the integer of 1-8. The values of q are 1-3 preferably, and are 1-2 more preferably. If q exceeds 8, the viscosity of (A) will become high too much, will use, and will become hot.

A univalent aliphatic hydrocarbon radical among the aliphatic hydrocarbon radicals of q \*\* of R1 the residue excluding the OH radical from univalent fatty alcohol -- corresponding -- the alkyl group (for example, a methyl group --) of carbon numbers 1-8 An ethyl group, n- and an iso-propyl group, n-, iso-, sec-, and tert-butyl, unsaturated hydrocarbon radicals (an alkenyl radical or an alkynyl group --) of cis- or trans-, such as a pentyl radical, a hexyl group, a pentyl radical, and an octyl radical For example, an ethenyl radical, 1-, 2- and an iso-propenyl radical, a butenyl group, a cutting-pliers nil radical, a hexenyl radical, an octenyl group, and a propynyl radical; an ARUKA poly enyl radical, for example, a swine dienyl radical etc., is mentioned to a list.

[0011]

The residue excluding two OH radicals from a methylene group and the aliphatic series diol of carbon numbers 2-8 is contained in a divalent aliphatic hydrocarbon radical.

aliphatic series diol -- saturation aliphatic series diol (alkane diol, for example, ethylene glycol, --) Propylene glycol, 1, and 4- and 1, 2-butanediol, neopentyl glycol, 1,6-hexanediol, 1, and 2- and 1, 8-octanediol, 3-methyl-1,5-pentanediol, 2 and 2, 4-trimethyl -1, 3-pentanediol, Partial saturation aliphatic series diol (alkene diol, for example, 2-butene-1, 4-diol, 3-methyl-3-butene-1, 2-diol) is contained in 2 and 2-dimethyl-1,3-propanediol and 2, 5-dimethyl hexane -2, 5-diol, and a list.

[0012]

As a trivalent aliphatic hydrocarbon radical, the residue excluding three OH radicals from aliphatic series triol is mentioned.

aliphatic series triol -- saturation aliphatic series triol (alkane triol --) For example, a glycerol, 1 and 2, 3-butane triol, 1 and 2, 3-pentanetriol, 2-methyl - 1, 2, 3-propane triol, 2-methyl - 2, 3, 4-butane triol, 2-ethyl - 1, 2, 3-butane triol, 2 and 3, 4-pentanetriol, 2, 3, 4-hexane triol, 2, 4-dimethyl - 2, 3, 4-pentanetriol, A pentamethyl glycerol, 1 and 2, 4-butane triol, 1 and 2, 4-pentanetriol, Partial saturation aliphatic series triol (alkene triol, for example, 2-hexene, - 1, 4, 5-triol, 3-hexene - 1, 2, 5-triol) is contained in lists, such as trimethylolethane and trimethylol propane.

[0013]

As an aliphatic series radical of 4 - 8 \*\*, the residue excluding all the OH radicals from the aliphatic series polyol of 4 - 8 \*\* is mentioned.

For example, alkane polyol and its intramolecular or intermolecular dehydrates (pentaerythritol, a sorbitol, xylitol, a mannitol, sorbitan, diglycerol, etc.), a saccharide, its derivatives (a glucose, a mannose, a fructose, methyl glucoside, etc.), etc. are mentioned to the aliphatic series polyol of 4 - 8 \*\*.

1 - trivalent are desirable among these R1, and especially a desirable thing is a 1 - divalent aliphatic hydrocarbon radical.

[0014]

R2 is the straight chain of H or carbon numbers 1-8, or the alkyl group of branching. As an alkyl group, it is the same as the alkyl group of the carbon numbers 1-8 in R1, and good. H and a with a carbon number of three or less alkyl group are [ among these ] desirable, it is a methyl group more preferably, and H especially preferably. If a carbon number exceeds 8, the water solubility of (A) will worsen.

k in a general formula (1) is 0 or one or more integers, and is 0 preferably. m, n, and p are one or more integers, and m+n is ten or more. Moreover, k, m, n, and p are integers of the range with which the weight average molecular weight 1,000-10,000 of (A) is filled.

The lubricity of lubricant worsens that  $m+n$  is less than ten. Content (mol %):  $[m/(k+m+n+p)] \times 100$  of EO unit in [ lubricity and a water-soluble point to ] an oxy-alkylene group It is desirable that they are 20-70, and a value used as especially 30-60. The water solubility and lubricity of lubricant are good in the content of EO unit being more than 20 mol %, and oil separability is good in it being less than [ 70 mol % ].

[0015]

A1 and A2 in a general formula (1) are one or more sorts chosen from a carbon number 3 or the alkylene group of 4, and they are 1 and 2- and 1, 3-propylene radical, 1, 2-, 2, 3-, -, 1, 3-, 1 and 4, and an iso-butylene radical. 1, 2-propylene radical, 1, and 4-butylene radical is [ among these ] desirable.

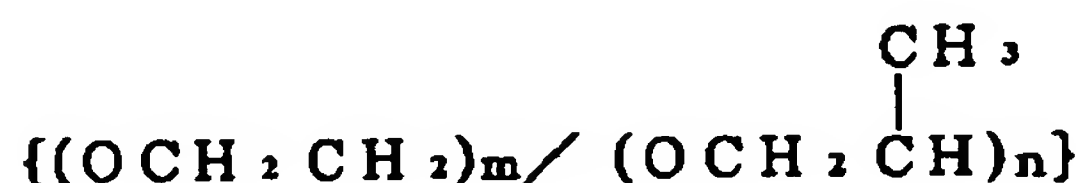
[0016]

The content of the sum total of OA1 unit in the polyoxyalkylene chain which constitutes (A), and OA2 unit (mol %):  $[(k+p)/(k+m+n+p)] \times 100$  As for 10-50, 8-70 are desirable still more desirable. The solubility to water is good in it being less than [ 70 mol % ], and oil separability is good in it being more than 8 mol %.

It can set to a general formula (1).

[0017]

[Formula 5]



[0018]

It is a part for the random bond part of a \*\* EO unit and PO unit. EO unit and PO unit -- random association -- it is not (block association is carried out) -- the cold-temperature fluidity of (A) worsens.

[0019]

As a manufacturing method of the compound shown by the general formula (1) To the fatty alcohol of 1 - 8 \*\* of carbon numbers 1-8 expressed with  $R1[-OH]$  q Under existence of a catalyst, at 100-180 degrees C preferably under ordinary pressure thru/or pressurization (preferably zero to 0.6 MPa) After adding the alkylene oxide of carbon numbers 3-4 as occasion demands, carry out random addition of EO and the PO, subsequently AO of carbon numbers 3-4 is made to add, and the method of obtaining a compound in case  $R2$  is H etc. is mentioned. The end of AO addition product furthermore obtained is alkyl-ether-ized, and a compound in case  $R2$  is an alkyl group can be manufactured.

[0020]

Although added as AO of the above-mentioned carbon numbers 3-4 after what is first added to fatty alcohol, and EO-PO random addition, all are mentioned for PO, 1, 2-, 2, 3- and 1, 3-butylene oxide, isobutylene oxide, a tetrahydrofuran (Following THF and brief sketch), etc. PO, 1, and 2-butylene oxide is [ among these ] desirable. These may use two or more sorts together, and a block is [ the addition format in concomitant use may be random or ] sufficient as it. It is PO independent addition especially preferably. the rate of concomitant use -- PO100 weight section -- receiving -- below the 100 weight sections it is .

[0021]

As a catalyst used for the above-mentioned AO addition, at the well-known catalyst usually used, it is good and they are an alkali catalyst [the hydroxide of the alkali metal of KOH, NaOH, CsOH, and calcium(OH)<sub>2</sub> grade, or alkaline earth metal] etc., for example, a

hydroxide, and an oxide (K<sub>2</sub>O).

Alkali metal (Na, K, etc.) and the hydrides of those (NaH, KH, etc.), such as an oxide of alkali metal, such as CaO and BaO, or alkaline earth metal, and amines (triethylamine, trimethylamine, etc.) are mentioned. When \*\*\*\*\* (ing) THF independent addition or THF, and other alkylene oxide Furthermore, Lewis acid and those complex [ , for example, the BF<sub>3</sub> ether complex, of BF<sub>3</sub>, BCl<sub>3</sub>, AlCl<sub>3</sub>, FeCl<sub>3</sub>, and SnCl<sub>3</sub> grade, BF<sub>3</sub> and a THF complex ]; (BF<sub>3</sub>, THF) The perchlorate of metals other than [ said ] the perchlorate; aluminum(ClO<sub>4</sub>)<sub>3</sub> grade of the alkaline earth metal of perchlorate; calcium (ClO<sub>4</sub>)<sub>2</sub> of the alkali metal of H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, proton acid; KClO<sub>4</sub> of HClO<sub>4</sub> grade, and NaClO<sub>4</sub> grade and Mg(ClO<sub>4</sub>)<sub>2</sub> grade etc. is mentioned. They are KOH, NaOH, CsOH, and BF<sub>3</sub> ether complex and BF<sub>3</sub>, and THF preferably among these catalysts.

[0022]

When carrying out alkyl ether-ization, it can manufacture by making AO addition product react to the bottom of existence of alkali (hydroxide of alkali metal, such as KOH, NaOH, and CsOH, etc.) with alkyl halide (carbon numbers 1-8). The alkyl group of carbon numbers 1-8 is the same as said R<sub>2</sub>. As for the amount of alkyl halide, 1 / 1 - 5/1 are desirable to the hydroxyl group of AO addition product at equivalent ratio, and especially 1.2 / 1 - 4/1 are desirable. Moreover, as for the addition of alkali, 1 / 1 - 10/1 are desirable to the hydroxyl group of AO addition product at equivalent ratio, and especially 1.2 / 1 - 5/1 are desirable. Thus, the HLB value of (A) in obtained this invention is usually 8.5 or more. It is 8.8-17 preferably and is 9-15 still more preferably. If the HLB value of (A) is smaller than 8.5, water solubility will worsen.

Oda style In addition, HLB is computed from the ratio of the value of the organic nature of a compound, and the value of inorganic nature, and is computed by "guide to Neogaea side activator" [1996 and Sanyo Chemical Industries, Ltd. publication] 197 page by the count approach of a publication.

[0023]

The weight average molecular weight (M<sub>w</sub>) of (A) is usually 1,000-10,000, and is 2,000-6,000, especially 2,300-5,000 preferably. Less than by 1,000, if the lubricity of lubricant becomes poor and exceeds 10,000, the kinematic viscosity of lubricant will become high too much. M<sub>w</sub> is measured on condition that the following using gel permeation chromatography (GPC).

Measuring equipment: LC8120 by TOSOH CORP.

Eluate : class THF

Rate of flow : 0.6 (a part for ml/)

Column :KF-802,803,804

Reference material: Polyethylene glycol

[0024]

Specifically as aliphatic series monocarboxylic acid of carbon numbers 8-12, an alkane acid, for example, an octanoic acid, 2-ethylhexanoic acid, nonoic acid, a decanoic acid, undecanoic acid, dodecanoic acid, etc. are mentioned. An octanoic acid, nonoic acid and a decanoic acid especially an octanoic acid, and nonoic acid are [ among these ] desirable. If a metal rust-comes to be easy as a carbon number is less than eight, and 12 is exceeded, lubricant will tend to foam, will use it and will become hot.

Specifically as aliphatic series dicarboxylic acid of carbon numbers 8-12, an azelaic acid, a sebacic acid, dodecane diacid, etc. are mentioned. An azelaic acid, especially a sebacic acid are [ among these ] desirable. If a metal rust-comes to be easy as a carbon number is less than eight, and 12 is exceeded, lubricant will tend to foam, will use it and will become hot.

A thing desirable [ among these ] is aliphatic series monocarboxylic acid of carbon numbers 8-10.

Aliphatic series monocarboxylic acid and the aliphatic series dicarboxylic acid of the rate which may use together two or more sorts of these, and is used together are 10:90-50:50.

[0025]

In the lubricant for metalworking in this invention, (B) is usually the 1 - 400 weight section to (A) 100 weight section, and the rate of a compounding ratio of (A) and (B) is the 5 - 100 weight section preferably, and is 10 - 50 weight section more preferably. the amount of (B) is less than one -- a metal -- rust -- easy -- lubricity also tends to become a defect. If 400 is

exceeded, the oil separability of lubricant will serve as a defect. In the lubricant for metalworking of this invention, the alkylene oxide addition product (C) of fatty amine may be blended if needed. The rate of a compounding ratio of (C) is 1 - 40 weight section preferably to (A) 100 weight section, and is 5 - 30 weight section more preferably.

The oil separability of lubricant becomes good for (C) to be one or more. Lubricity becomes good for it to be 40 or less.

as (C) -- carbon numbers 1-10 or the alkyl monoamine beyond it (monomethylamine --) the :carbon numbers 2-18 or the alkylene diamines beyond it (ethylenediamine --), such as ethylamine, diethylamine, propylamine, a butylamine, and an octyl amine 1 and 2- and 1, 3-propylenediamine, hexylene diamine, octylene diamine, the carbon numbers 4-18 and the polyalkylene polyamine beyond it (number of amines; preferably 3-6) (diethylenetriamine --), such as decylene diamine and dodecylene diamine The addition product of the alkylene oxide (for example, EO, PO) of the carbon numbers 2-4, such as polyethylene polyamine, such as triethylenetetramine, tetraethylenepentamine, pentaethylenehexamine, and hexamethylene PENTAMI, is mentioned. The number of addition mols of alkylene oxide is 0.5-2 mols preferably per N atom of an amine. Oil separability becomes good for it to be 0.5-2. It is the addition product of PO preferably and the number of addition mols has desirable 1-2 mols. As an example of (C), the four mol adduct of butylamines PO, the two mol adduct of octyl amines PO, the four mol adduct of ethylenediamine PO, the five mol adduct of diethylenetriamines PO, and the seven mol adduct of tetra-ECHIRENN pentamine PO are mentioned. PO addition of polyalkylene polyamine is desirable.

[0026]

The lubricant for metalworking of this invention may be made to contain water as occasion demands. When using water, it dilutes with water so that the content of (A) may become 10 - 50% of the weight more preferably five to 90% of the weight, and it is used at the time of use, diluting with water further.

The lubricant for metalworking of this invention can add additives, such as an antioxidant, an extreme pressure additive, a rust-proofer, and a defoaming agent, further as occasion demands, and they can be used for it as a lubricant constituent for metalworking. These additives may use two or more sorts together.

[0027]

as an anti-oxidant -- a phenolic antioxidant -- [ -- for example, 2 and 4-dimethyl-6-tert-butylphenol -- ]; amine system anti-oxidants (for example, a phenyl-alpha-naphthylamine --), such as 4 and 4-butylidenebis (6-tert-butyl metacresol) ;, such as a phenyl-beta-naphthylamine, -- dialkyl (carbon numbers 1-36) dithiophosphate zinc; -- diaryl (carbon numbers 3-36) dithiophosphate zinc; -- an organic sulfide (for example, 4 and 4'-thio screw; (3-methyl-6-t-butylphenol etc.) etc. is mentioned.)

[0028]

as an extreme pressure additive -- a lead soap (naphthenic-acid lead etc.); sulfur compound (sulfuration fatty acids, such as sulfuration oleic acid, --) Sulfuration fatty acid ester, a

sulfuration SUPAMU oil, a sulfuration terpene, dibenzyl die sulfide, The amine salt or alkali-metal salt of an alkylthio propionic acid of carbon numbers 8-24, ;, such as an amine salt or an alkali-metal salt of an alkylthio glycolic acid of carbon numbers 8-24, -- a chlorine compound (chlorination stearin acid --) ; phosphorus compounds (tricresyl phosphate --),  
 5 such as chlorinated paraffin and chloro naphtha xanthate tributyl phosphate, tricresyl phosphite, n-BUCHIRUJI-n-octyl phosphinate, di-n-butyl dihexyl phosphonate, G n-buthylphenyl phosphonate, a dibutyl phosphoro friend date, amine dibutyl phosphate, etc. -- etc. -- it is mentioned.

[0029]

10 as a rusr-proofer -- for example, an organic amine (fatty amine, for example, a lauryl amine, -  
 -) Oleyl amine; Heterocyclic amine, for example, morpholine; alkanolamine, For example, monoethanolamine, triethanolamine, isopropanolamine, the aliphatic series monocarboxylic acid and the amide of the; carbon numbers 14-36, such as N-dimethylamino ethanolamine and isopropanolamine, (a myristic acid --) the alkenyl succinic acid and amides of the; carbon  
 15 numbers 6-36 (a dodecenyl succinic acid --), such as a palmitic acid, oleic acid, and oleylamide ; aromatic carboxylic acid (a benzoic acid --), such as a PENTA decenyl succinic acid and an OKUTE nil succinic-acid amide ; cyclohexylamine night light [, such as a p-tert butyl benzoic acid and a nitro benzoic acid, ]; benzotriazol; mercaptobenzothiazole;N and N'-  
 20 JISARI dust DIN -1, 2-diaminopropane; alizarin etc. is mentioned. In addition, the aliphatic carboxylic acid and the amide of carbon numbers 14-36, alkenyl succinic acid, and amide of carbon numbers 6-36 also have a function as an oiliness improver.

As a defoaming agent, the polyorganosiloxanes (for example, poly dimethylsiloxane etc.) of molecular weight 100-1,000 etc. are mentioned.

[0030]

25 The content of (A) is 10 - 50 % of the weight more preferably five to 90% of the weight among the lubricant constituent for metalworking of this invention. The content of water is 20 - 50 % of the weight especially preferably ten to 50% of the weight more preferably 95 or less % of the weight. The content in the case of using an antioxidant is 0.001 - 1% 0.0001 to 2% of the weight especially preferably. The content in the case of using an extreme pressure  
 30 additive is 5 or less % of the weight more preferably 10 or less % of the weight. The content in the case of using a rusr-proofer is 1 - 20 % of the weight more preferably 25 or less % of the weight. 1000 ppm or less of contents in the case of using a defoaming agent are 10-500 ppm more preferably.

[0031]

35 The lubricant for metalworking of this invention can be used for the metalworking fluid used for processing of polish of cutting oil, grinding fluid, grinding oil, a punching oil, a sliding-surface lubricating oil, rolling oil, a punching oil, a drawing oil, a press oil, a forging oil, a quenching oil, an aluminum disk, and a silicon wafer, cutting, etc. As an applicable metal, steel, cast iron, aluminum, alloy steel, stainless steel, copper, brass, etc. are mentioned.

40 Moreover, the lubricant constituent for metalworking which added various additives to the lubricant for metalworking of this invention is used, diluting it with water preferably (they are ten to 100 times for example, at weight criteria). It is especially desirable that dilute and the content of (A) uses so that 0.5 - 3 % of the weight (especially 1 - 2 % of the weight) and the content of (B) may become 0.1 - 2 % of the weight (especially 0.4 - 2 % of the weight).

45 This constituent can be suitably used as water-soluble lubricant for solution system metalworking.

[0032]

[Example]

Although the following examples explain this invention to a detail, this invention is not

limited to this. In addition, unless it mentions specially, % in a sentence expresses weight %.  
[0033]

The test method is as follows.

<Adjustment of test fluid>

5 Whippability, oil separability, and lubricative evaluation diluted and carried out with water the constituent of Table 1 which carries out a postscript to 5%.

(1) Lubricity

10 coefficient of friction [ in / using an oscillating friction abrasion tester ( SRV tester by the OPUCHI mall company) / in lubricity / the point contact (200Ns of loads) of a shot and a plane steel disk ], and a shot -- it evaluated by observing the upper diameter of an abrasion. A test condition is shown below.

<Lubrication sex-test conditions>

Amplitude: 2mm

Vibration frequency: 50Hz

15 Temperature: 30 degrees C

Time amount: For 10 minutes

Coefficient of friction: The average for [ time amount ] 10 minutes

Oil-film piece: The condition of changing coefficient of friction ( $\mu$ ) was seen. (Condition that coefficient of friction sways greatly)

20 O : x: Make ( $\mu$  stability), \*\*: Be ( $\mu$  range-of-fluctuation smallness), and be ( $\mu$  range-of-fluctuation size).

Wear diameter: It is the wear diameter (mm) of a shot (SUJ-2) 10mm.

[0034]

(2) Whippability

25 Whippability is JIS K2518. Petroleum product-lubricating oil-foaming test method It carried out by having applied correspondingly, and blew in as the foaming capacity just behind an air entrainment, and the capacity of the bubble 5 minutes after a halt was measured.

(3) Oil separability

30 Oil separability read the capacity of the separated oil layer and a cream layer 5 minutes after putting 90ml and 10ml (DINA way 68: COSMO OIL make) of sliding-surface oils into 100ml measuring cylinder with a stopper and putting test fluid on it gently after a shaking for 30 seconds.

[0035]

The example 1 of manufacture

35 Methanol 32g (one mol) and KOH0.6g were taught to the glass autoclave, and PO261g (nine mols) was dropped over 10 hours at 110 degrees C from the proof-pressure dropping funnel. Then, it was made to react until a pressure was balancing at 130 degrees C. Then, EO1,000g (22.7 mols) and PO1,000g (17.2 mols) were dropped at 125 degrees C, and it reacted until the pressure was balancing at this temperature. Then, the dropping reaction of the PO261g (nine mols) was further carried out at 110 degrees C, and it reacted until the pressure was balancing. After cooling, KYO WORD 600 by the adsorption treatment agent [consonance chemical-industry company, and KYO WORD 1000. Suppose that it is the same as that of the following. ] Reduced pressure dehydration was come out, processed, filtered and carried out, and polyether 2522g (A-1) which nine mol of PO(s), and PO(s) [ 22.7 mol of EO(s) and 17.2 mol of PO(s) ] random and nine mol of PO(s) added to the methanol was obtained. HLB was 10.3 and Mw was 2550.

[0036]

The example 2 of manufacture

Hexylene glycol 118g (one mol) and KOH7.5g were taught to the glass autoclave, and

EO1496g (34 mols) and PO522g (nine mols) were dropped at 125 degrees C from the proof-pressure dropping funnel. Then, after making it react until it became a pressure balance at this temperature, further, PO986g (17 mols) was made dropped at the temperature of 110 degrees C, and it reacted until it became a pressure balance at this temperature. After cooling,

[0037]

The example 3 of manufacture

Glycerol 92(one mol) g and the KOH10 section were taught to the glass autoclave, and EO1760g (40 mols) and PO986g (17 mols) were dropped at 125 degrees C from the proof-pressure dropping funnel. Then, PO696g (12 mols) is made dropped at 110 degrees C, and it was made to react at this temperature further, after making it react until it becomes a pressure balance at this temperature until it became a pressure balance. After cooling, processing filtration was carried out, reduced pressure dehydration was carried out by the adsorption treatment agent, and polyether 3503g (A-3) which the random of 40 mol of EO(s) and 17 mol of PO(s) and 12 mol of PO(s) added to the glycerol was obtained. HLB was 12.5 and Mw was 3500.

[0038]

The example 4 of manufacture

Ethylene glycol 62g (one mol) and powder KOH7.5g are taught to a glass autoclave, and EO880g (20 mols) and PO870g (15 mols) are dropped at the temperature of 125 degrees C from a proof-pressure dropping funnel, and it was made to react until it became a pressure balance at this temperature. Then, 1 and 2-butylene oxide 216g (three mols) and PO232g (four mols) are dropped from a dropping funnel, and it was made to react until it became a pressure balance at the temperature of 110 degrees C. After cooling, processing filtration was carried out, reduced pressure dehydration was carried out by the adsorption treatment agent, and random polyether of random [ of 20 mol of EO(s) and 15 mol of PO(s) ] and three mol [ of butylene oxide ], and four mol of PO(s) 2234g (A-4) was obtained to ethylene glycol. HLB was 10.7 and Mw was 2200.

[0039]

The example 1 of comparison manufacture

Polyethylene-glycol (number average molecular weight 2,000) 200g (0.1 mols) and powder KOH0.75g are taught to a glass autoclave, and PO300g (5.2 mols) is dropped at the temperature of 110 degrees C from a proof-pressure dropping funnel, and it was made to react until it became a pressure balance at this temperature. After cooling, by the adsorption treatment agent, processing filtration was carried out, reduced pressure dehydration was carried out, HLB obtained 10.5 and Mw obtained 493g (A' - 1) of PO block adducts of the polyethylene glycol of 5000.

[0040]

The example 2 of comparison manufacture

n-butanol 74g (one mol) and KOH4.8g were taught to the glass autoclave, and the mixture of EO915.2g (20.8 mols) and PO916.4g (15.8 mols) was dropped over 15 hours at 110 degrees C from the proof-pressure dropping funnel. Then, at 130 degrees C, it was made to react for 10 hours and cooled. Reduced pressure dehydration was processed, filtered and carried out by the adsorption treatment agent after cooling, HLB obtained 11.6 and Mw obtained 1888g (A' - 2) of 15.8-mol random addition products of 20.8 mol [ of EO(s) of n-butanol of 1900 ]/PO(s).

[0041]

The example 3 of comparison manufacture

Polypropylene-glycol (number average molecular weight 1,750) 1750g (one mol) and KOH0.7g were taught to the glass autoclave, and EO117g (2.7 mols) was dropped over 2 hours at 130 degrees C from the proof-pressure dropping funnel. Then, at 130 degrees C, it was made to react for 4 hours and cooled. Reduced pressure dehydration was processed, filtered and carried out by the adsorption treatment agent after cooling, HLB obtained 5.5 and Mw obtained 1849g (A' - 3) of 2.7 mol addition products of EO(s) of the polypropylene glycol of 1860.

[0042]

The example 4 of comparison manufacture

Methanol 32g (one mol) and KOH0.2g are taught to a glass autoclave, and EO264g (six mols) and PO290g (five mols) are dropped for a proof-pressure dropping funnel to PO174g (three mols) over 5 hours after dropping over 2 hours at 130 degrees C by 100 degrees C, and it was made to react until it became a pressure balance at this temperature. Then, PO174g (three mols) is dropped from a dropping funnel, and it was made to react until it became a pressure balance. Reduced pressure dehydration was processed and carried out by the adsorption treatment agent after cooling, HLB obtained 9.2 and Mw obtained three mol of PO(s) of the methanol of 930, and PO(s) [ six mol of EO(s) and five mol of PO(s) ] random, and 934g (A' - 4) of block adducts of three mol of PO(s).

[0043]

Examples 1-6, the examples 1-6 of a comparison

Based on the combination formula shown in the following table 1, the lubricant constituent for metalworking of examples 1-6 and the examples 1-6 of a comparison was obtained. (A unit is the weight section)

[0044]  
[Table 1]

	実 施 例						比 較 例					
	1	2	3	4	5	6	1	2	3	4	5	6
E 1	40				40	40					40	20
E 2		40										
E 3			40									
E 4				40								
E ' 1							40					
E ' 2								40				
E ' 3									40			
E ' 4										40		
セバシン酸		4						4				
カプリル酸	5		5	5	10	10	5		5	5	0.5	30
エチレンジアミン (PO) <sub>4</sub>		15	10									
ジ・エチレントリアミン (PO) <sub>5</sub>				20	10	10		5				
トリエタノールアミン	10	5			5		10	15	10	10	1.5	25
水	45	36	45	35	35	40	45	36	45	45	58	25

5 [0045]  
The result of having measured a product appearance, an oil film piece, coefficient of friction and a wear diameter, whippability, and oil separability using the lubricant constituent for metalworking of a publication to Table 1 is shown in Table 2.

10 [0046]  
[Table 2]

		実 施 例						比 較 例					
		1	2	3	4	5	6	1	2	3	4	5	6
製品外観		○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	×	○
泡立ち性(ml) (直後→5分後)		0→0	0→0	0→0	0→0	0→0	0→0	20→0	50→10	90→40	10→0	10→0	40→20
潤滑性	油膜切れ	○	○	○	○	○	○	△	○	○	△	×	×
	摩擦係数	0.105	0.100	0.115	0.105	0.120	0.115	0.125	0.110	0.115	0.130	0.156	0.122
	摩耗直径 (mm)	0.515	0.495	0.510	0.510	0.515	0.500	0.535	0.500	0.535	0.530	0.620	0.555
オイル分離性 (オイル→水) (ml)		9-1	10-0	10-0	10-0	10-0	10-0	8-2	8-2	7-3	10-0	8-2	6-4

[0047]

[Effect of the Invention]

5 The lubricant for polyether system metalworking of this invention does so the effectiveness of excelling in oil separability, lubricity, and low-foaming property. Therefore, it is very suitable as lubricant for metalworking used for processing of polish, cutting, etc. of cutting oil, a sliding-surface lubricating oil, rolling oil, a drawing oil, a press oil, a forging oil, an aluminum disk, and a silicon wafer.

---

[Translation done.]

**LUBRICANT FOR METAL WORKING**

**Patent number:** JP2004043794  
**Publication date:** 2004-02-12  
**Inventor:** IMAI TAKAKAZU; OKAMOTO TAKESHI  
**Applicant:** SANYO CHEMICAL IND LTD  
**Classification:**  
- international: C10M169/04; C10M105/24; C10M105/26; C10M107/34;  
C10M129/40; C10M129/42; C10M133/04; C10M145/34;  
C10M145/36; C10M149/04; C10N20/00; C10N20/04;  
C10N30/00; C10N30/18; C10N40/20  
- european:  
**Application number:** JP20030144296 20030522  
**Priority number(s):** JP20020148584 20020523; JP20030144296 20030522

**Report a data error here**

**Abstract of JP2004043794**

<P>PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a low foaming lubricant for metal working excellent in lubricity such as mar resistance, and oil separability for commingled sliding face oil or the like.

<P>SOLUTION: This lubricant for metal working comprises a polyether (A) being an aliphatic alcohol alkylene oxide adduct of a specified structure and its derivative having  $\geq 8.5$  HLB and 1,000 to 10,000 weight average molecular weight, and an 8-12C aliphatic monocarboxylic acid and/or dicarboxylic acid (B), where compounding ratio of (B) is 1 to 400 pts.wt. to 100 pts.wt. of (A). <P>COPYRIGHT: (C) 2004,JPO

---

Data supplied from the *esp@cenet* database - Worldwide

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2004-43794

(P2004-43794A)

(43) 公開日 平成16年2月12日(2004.2.12)

(51) Int.Cl.<sup>7</sup>

F 1

テーマコード (参考)

C 1 O M 169/04

C 1 O M 169/04

4 H 1 O 4

C 1 O M 105/24

C 1 O M 105/24

C 1 O M 105/26

C 1 O M 105/26

C 1 O M 107/34

C 1 O M 107/34

C 1 O M 129/40

C 1 O M 129/40

審査請求 有 請求項の数 6 O L (全 12 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2003-144296 (P2003-144296)  
 (22) 出願日 平成15年5月22日 (2003.5.22)  
 (31) 優先権主張番号 特願2002-148584 (P2002-148584)  
 (32) 優先日 平成14年5月23日 (2002.5.23)  
 (33) 優先権主張国 日本国 (JP)

(71) 出願人 000002288  
 三洋化成工業株式会社  
 京都府京都市東山区一橋野本町11番地の1  
 (72) 発明者 今井 晃一  
 京都市東山区一橋野本町11番地の1 三  
 洋化成工業株式会社内  
 (72) 発明者 岡本 毅  
 京都市東山区一橋野本町11番地の1 三  
 洋化成工業株式会社内  
 Fターム(参考) 4H104 BB17A BB17C BB18A BB18C BE04C  
 CB14A CB14C CE02C EA03A EA03C  
 EA30A EA30C LA09 LA20 PA21

(54) 【発明の名称】 金属加工用潤滑剤

## (57) 【要約】

【課題】耐摩耗性等の潤滑性、混入してくる摺動面油等のオイル分離性に優れた低起泡性の金属加工用潤滑剤を提供する。

【解決手段】HLBが8.5以上で、且つ重量平均分子量が1,000~10,000である、特定の構造を有する脂肪族アルコールのアルキレンオキサイド付加物及びその誘導体であるポリエーテル(A)、及び炭素数8~12の脂肪族モノカルボン酸及び／又はジカルボン酸(B)からなり、配合比が(A)100重量部に対して(B)が1~400重量部である金属加工用潤滑剤である。

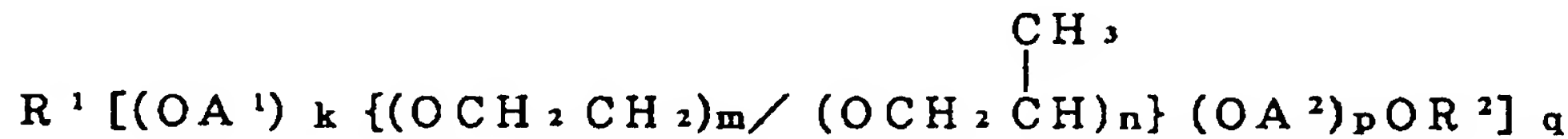
【選択図】 なし

## 【特許請求の範囲】

## 【請求項 1】

下記一般式 (1) で表され、HLB が 8.5 以上で、且つ重量平均分子量が 1,000 ~ 10,000 であるポリエーテル (A)、及び炭素数 8 ~ 12 の脂肪族モノカルボン酸及び／又はジカルボン酸 (B) からなり、配合比が (A) 100 重量部に対して (B) が 1 ~ 400 重量部である金属加工用潤滑剤。

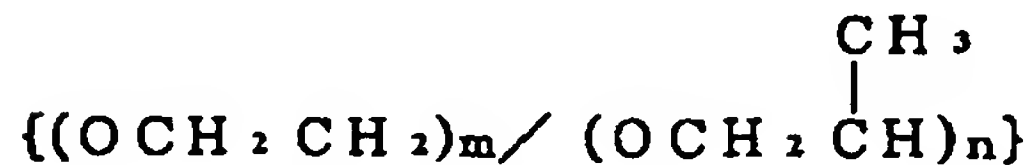
## 【化 1】



10

[式中、 $R^1$  は炭素数 1 ~ 8 の  $q$  個の脂肪族アルコールから  $q$  個の OH 基を除いた残基； $R^2$  は H 又は炭素数 1 ~ 8 のアルキル基； $A^1$  及び  $A^2$  は炭素数が 3 又は 4 の 1 種以上のアルキレン基； $k$  は 0 又は 1 以上の整数； $m$  及び  $n$  は 1 以上の整数であり、且つ  $m+n$  は 10 以上； $p$  は 1 以上の整数； $q$  は 1 ~ 8 の整数；

## 【化 2】



20

はランダム結合した (ポリ) オキシエチレン / (ポリ) オキシプロピレン鎖を表し； $q$  が 2 ~ 8 のときの  $q$  個の  $k$ 、 $m$ 、 $n$ 、 $p$  及び  $R^2$  はそれぞれ同じでも異なってもよい。

## 【請求項 2】

さらに、脂肪族アミンのアルキレンオキサイド付加物 (C) を前記 (A) 100 重量部に対して 1 ~ 40 重量部配合してなる請求項 1 記載の潤滑剤。

## 【請求項 3】

前記 (C) が、N 原子含有数が 2 ~ 6 であり、且つアルキレンオキサイドが N 原子 1 個あたり 0.5 ~ 2 モル付加した化合物である請求項 1 又は 2 記載の潤滑剤。

## 【請求項 4】

前記 (A) における全オキシアルキレン基中の  $(OCH_2CH_2)$  単位の割合が 20 ~ 70 モル% である請求項 1 ~ 3 の何れか記載の潤滑剤。

30

## 【請求項 5】

前記  $q$  が 1 ~ 3 である請求項 1 ~ 4 の何れか記載の潤滑剤。

## 【請求項 6】

請求項 1 ~ 5 の何れか記載の潤滑剤及び、酸化防止剤、極圧添加剤、防錆剤、及び消泡剤からなる群から選ばれる 1 種以上の添加剤からなる金属加工用潤滑剤組成物。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

## 【発明の属する技術分野】

40

本発明はポリエーテル系金属加工用潤滑剤に関する。

## 【0002】

## 【従来の技術】

切削油、摺動面潤滑油、圧延油、引き抜き油、プレス油、鍛造油、アルミディスク及びシリコンウエハの研磨・切断等の加工に用いる金属加工油は、水溶性、低泡性、潤滑性及びオイル分離性が要求される。従来の水溶性ポリエーテル系の金属加工用潤滑剤としては、オキシエチレン (以下、EO と略記) 単位を導入して水溶性を付与し、さらに潤滑性を満たすために分子量を 2,000 以上にしたポリエーテルが使用されている。しかし、ポリエーテルの分子量を上げると泡が立ち易くなるので、泡を抑制するためにエチレンオキサイド付加物にさらにプロピレンオキサイド (以下、PO と略記) をブロック付加させた金

50

属加工油が提案されている（例えば、特許文献1）。また、廃水処理性を改良する為に、多価アルコールにEOとPOをランダム付加し、さらにPOをブロック付加したもの、アルコールのEO付加物、及び多価アルコールに炭素数3～4のアルキレンオキサイドを付加したものを併用した潤滑剤が提案されている（例えば、特許文献2）。

【0003】

【特許文献1】

特開平8-231977号公報

【特許文献2】

特開昭58-145791号公報

【0004】

10

【発明が解決しようとする課題】

しかしながら、これらの加工油は、潤滑性が十分でなく、混入してくる摺動面油等のオイルとの分離性が悪いという問題があった。

本発明は、潤滑性、低起泡性及びオイル分離性に優れた金属加工用潤滑剤を提供することを目的とする。

【0005】

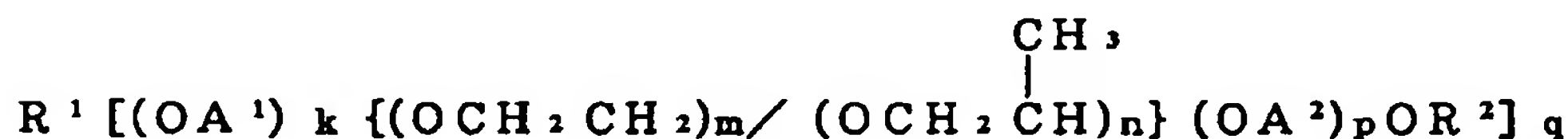
【課題を解決するための手段】

本発明者らは、上記の問題点に鑑み、鋭意検討した結果、本発明に到達した。即ち、本発明は、下記一般式(1)で表され、HLBが8.5以上で、且つ重量平均分子量が1,000～10,000であるポリエーテル(A)、及び炭素数8～12の脂肪族モノカルボン酸及び／又はジカルボン酸(B)からなり、配合比が(A)100重量部に対して(B)が1～400重量部である金属加工用潤滑剤；

20

【0006】

【化3】



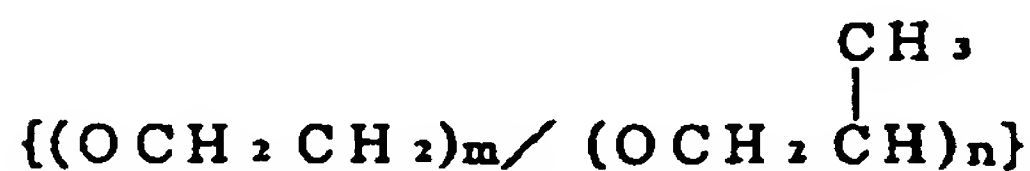
【0007】

【式中、R<sup>1</sup>は炭素数1～8のq個の脂肪族アルコールからq個のOH基を除いた残基；R<sup>2</sup>はH又は炭素数1～8のアルキル基；A<sup>1</sup>及びA<sup>2</sup>は炭素数が3又は4の1種以上のアルキレン基；kは0又は1以上の整数；m及びnは1以上の整数であり、且つm+nは10以上；pは1以上の整数；qは1～8の整数；

30

【0008】

【化4】



【0009】

40

はランダム結合した(ポリ)オキシエチレン／(ポリ)オキシプロピレン鎖を表し；qが2～8のときのq個のk、m、n、p及びR<sup>2</sup>はそれぞれ同じでも異なってもよい。

並びに、上記の潤滑剤及び、酸化防止剤、極圧添加剤、防錆剤、及び消泡剤からなる群から選ばれる1種以上の添加剤からなる金属加工用組成物である。

【0010】

【発明の実施の形態】

一般式(1)において、R<sup>1</sup>は炭素数1～8のq個の脂肪族アルコールからq個のOH基を除いた残基であり、例えばエーテル結合を有していてもよい直鎖若しくは分岐のq個の脂肪族炭化水素基が挙げられる。R<sup>1</sup>の炭素数が8を超えると(A)の水溶性が悪くなる

50

。好ましくは炭素数1～6の脂肪族アルコールからq個のOH基を除いた残基である。  
qは1～8の整数である。qの値は、好ましくは1～3であり、より好ましくは1～2である。qが8を超えると(A)の粘度が高くなりすぎて使い辛くなる。

R<sup>1</sup>のq個の脂肪族炭化水素基の内、1個の脂肪族炭化水素基は、1個の脂肪族アルコールからOH基を除いた残基に相当し、炭素数1～8のアルキル基(例えばメチル基、エチル基、n-及びi s o-プロピル基、n-、i s o-、s e c-及びt e r t-ブチル基、ペンチル基、ヘキシル基、ペンチル基、オクチル基等)、c i s-若しくはt r a n s-の不飽和炭化水素基(アルケニル基若しくはアルキニル基、例えば、エテニル基、1-、2-及びi s o-プロペニル基、ブテニル基、ペンチニル基、ヘキセニル基、オクテニル基、及びプロピニル基；並びにアルカポリエニル基、例えば、ブタジエニル基等)が挙げられる。 10

#### 【0011】

2個の脂肪族炭化水素基には、メチレン基、及び炭素数2～8の脂肪族ジオールから2個のOH基を除いた残基が含まれる。

脂肪族ジオールには、飽和脂肪族ジオール(アルカンジオール、例えばエチレングリコール、プロピレングリコール、1, 4-及び1, 2-ブタンジオール、ネオペンチルグリコール、1, 6-ヘキサジオール、1, 2-及び1, 8-オクタンジオール、3-メチル-1, 5-ペンタンジオール、2, 2, 4-トリメチル-1, 3-ペンタンジオール、2, 2-ジメチル-1, 3-プロパンジオール及び2, 5-ジメチルヘキサン-2, 5-ジオール)、並びに不飽和脂肪族ジオール(アルケンジオール、例えば2-ブテン-1, 4-ジオール、3-メチル-3-ブテン-1, 2-ジオール)が含まれる。 20

#### 【0012】

3個の脂肪族炭化水素基としては、脂肪族トリオールから3個のOH基を除いた残基が挙げられる。

脂肪族トリオールには、飽和脂肪族トリオール(アルカントリオール、例えばグリセリン、1, 2, 3-ブタントリオール、1, 2, 3-ペンタントリオール、2-メチル-1, 2, 3-プロパントリオール、2-メチル-2, 3, 4-ブタントリオール、2-エチル-1, 2, 3-ブタントリオール、2, 3, 4-ペンタントリオール、2, 3, 4-ヘキサントリオール、2, 4-ジメチル-2, 3, 4-ペンタントリオール、ペンタメチルグリセリン、1, 2, 4-ブタントリオール、1, 2, 4-ペンタントリオール、トリメチロールエタン、及びトリメチロールプロパン等)、並びに不飽和脂肪族トリオール(アルケントリオール、例えば2-ヘキセン-1, 4, 5-トリオール、3-ヘキセン-1, 2, 5-トリオール)が含まれる。 30

#### 【0013】

4～8個の脂肪族基としては、4～8個の脂肪族ポリオールからすべてのOH基を除いた残基が挙げられる。

4～8個の脂肪族ポリオールには、例えば、アルカンポリオール及びその分子内若しくは分子間脱水物(ペンタエリスリトール、ソルビトール、キシリトール、マンニトール、ソルビタン、ジグリセリン等)、糖類及びその誘導体(グルコース、マンノース、フルクトース、メチルグルコシド等)等が挙げられる。 40

これらのR<sup>1</sup>のうち好ましいのは1～3個であり、特に好ましいのは1～2個の脂肪族炭化水素基である。

#### 【0014】

R<sup>2</sup>は、H又は炭素数1～8の直鎖若しくは分岐のアルキル基である。アルキル基としては、R<sup>1</sup>における炭素数1～8のアルキル基と同じでよい。これらのうち好ましいのはH及び炭素数3以下のアルキル基であり、より好ましくはメチル基であり、特に好ましくはHである。炭素数が8を超えると(A)の水溶性が悪くなる。

一般式(1)におけるkは0又は1以上の整数であり、好ましくは0である。m、n及びpは1以上の整数であり、m+nは10以上である。また、k、m、n及びpは、(A)の重量平均分子量1, 000～10, 000を満たす範囲の整数である。 50

$m+n$ が10未満であると、潤滑剤の潤滑性が悪くなる。潤滑性、水溶性の点から、オキシアルキレン基中のEO単位の含量(モル%)： $[m/(k+m+n+p)] \times 100$ が、20～70、特に30～60となる値であるのが好ましい。EO単位の含量が20モル%以上であると潤滑剤の水溶性と潤滑性が良好であり、70モル%以下であるとオイル分離性が良好である。

#### 【0015】

一般式(1)における $A^1$ 及び $A^2$ は炭素数3又は4のアルキレン基から選ばれる1種以上であり、1,2-及び1,3-プロピレン基、1,2-,2,3-,1,3-,1,4-及びisopropylene基である。これらのうち好ましいのは1,2-プロピレン基、1,4-ブチレン基である。

10

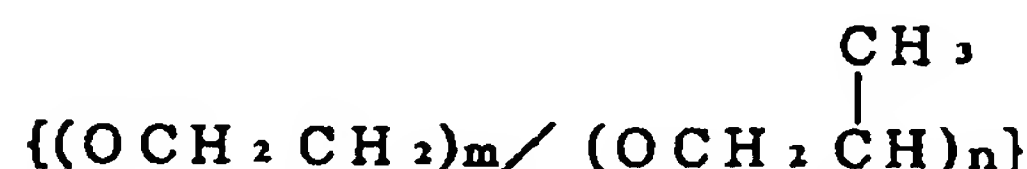
#### 【0016】

(A)を構成するポリオキシアルキレン鎖中の $OA^1$ 単位と $OA^2$ 単位の合計の含量(モル%)： $[(k+p)/(k+m+n+p)] \times 100$ は、8～70が好ましく、さらに好ましいのは10～50である。70モル%以下であると水への溶解性が良好であり、8モル%以上であるとオイル分離性が良好である。

一般式(1)における

#### 【0017】

#### 【化5】



20

#### 【0018】

はEO単位とPO単位のランダム結合部分である。EO単位とPO単位がランダム結合でない(ブロック結合している)と(A)の低温流動性が悪くなる。

#### 【0019】

一般式(1)で示される化合物の製造法としては、 $R^1$   $[-OH]$   $q$ で表される炭素数1～8の1～8価の脂肪族アルコールに、触媒の存在下、好ましくは100～180℃で常圧乃至加圧下(好ましくは0～0.6MPa)に、必要により炭素数3～4のアルキレンオキシドを付加した後、EO及びPOをランダム付加し、次いで炭素数3～4のAOを付加させて、 $R^2$ がHの場合の化合物を得る方法等が挙げられる。さらに得られたAO付加物の末端をアルキルエーテル化して、 $R^2$ がアルキル基の場合の化合物を製造できる。

30

#### 【0020】

上記炭素数3～4のAOとしては、最初に脂肪族アルコールに付加するもの、EO・POランダム付加後に付加するものの何れも、PO、1,2-,2,3-及び1,3-ブチレンオキシド、isopropyleneオキシド、テトラヒドロフラン(以下THFと略記)等が挙げられる。これらのうち好ましいのは、PO、1,2-ブチレンオキシドである。これらは2種以上を併用してもよく、併用の場合の付加形式はランダムでもブロックでもよい。特に好ましくはPO単独付加である。併用の割合はPO100重量部に対して100重量部以下である。

40

#### 【0021】

上記AO付加に用いる触媒としては、通常用いられる公知の触媒でよく、アルカリ触媒、例えば、水酸化物[ $KOH$ 、 $NaOH$ 、 $CsOH$ 、 $Ca(OH)_2$ 等のアルカリ金属若しくはアルカリ土類金属の水酸化物等]、酸化物( $K_2O$ 、 $CaO$ 、 $BaO$ 等のアルカリ金属若しくはアルカリ土類金属の酸化物等)、アルカリ金属( $Na$ 、 $K$ 等)、及びその水素化物( $NaH$ 、 $KH$ 等)、アミン類(トリエチルアミン、トリメチルアミン等)が挙げられる。THF単独付加、あるいはTHFと他のアルキレンオキシドを共付加重合する場合は、さらに、 $BF_3$ 、 $BCl_3$ 、 $AlCl_3$ 、 $FeCl_3$ 、 $SnCl_4$ 等のルイス酸及びそれらの錯体[例えば $BF_3$ エーテル錯体、 $BF_3 \cdot THF$ 錯体( $BF_3 \cdot THF$ )]； $H_2SO_4$ 、 $HClO_4$ 等のプロトン酸； $KClO_4$ 、

50

$\text{NaClO}_4$  等のアルカリ金属の過塩素酸塩； $\text{Ca}(\text{ClO}_4)_2$ 、 $\text{Mg}(\text{ClO}_4)_2$  等のアルカリ土類金属の過塩素酸塩； $\text{Al}(\text{ClO}_4)_3$  等の前記以外の金属の過塩素酸塩等が挙げられる。

これらの触媒のうち好ましくは、 $\text{KOH}$ 、 $\text{NaOH}$ 、 $\text{CsOH}$ 、 $\text{BF}_3$ 、エーテル錯体及び  $\text{BF}_3 \cdot \text{THF}$  である。

#### 【0022】

アルキルエーテル化をする場合は、 $\text{AO}$ 付加物をアルカリ（ $\text{KOH}$ 、 $\text{NaOH}$ 及び $\text{CsOH}$ などのアルカリ金属の水酸化物等）の存在下にハロゲン化アルキル（炭素数1～8）と反応させることで製造できる。炭素数1～8のアルキル基は前記R2と同じものである。ハロゲン化アルキルの量は、 $\text{AO}$ 付加物の水酸基に対し、当量比で1/1～5/1が好ましく、特に1.2/1～4/1が好ましい。また、アルカリの添加量は、 $\text{AO}$ 付加物の水酸基に対し、当量比で1/1～10/1が好ましく、特に1.2/1～5/1が好ましい。

この様にして得られた本発明における（A）のHLB値は、通常8.5以上である。好ましくは8.8～17であり、さらに好ましくは9～15である。（A）のHLB値が8.5より小さいと水溶性が悪くなる。

なお、HLBは、化合物の有機性の値と無機性の値の比率から算出するもの（小田式）であり、「新界面活性剤入門」[1996年、三洋化成工業社出版]197頁に記載の計算方法により算出される。

#### 【0023】

（A）の重量平均分子量（ $M_w$ ）は、通常1,000～10,000であり、好ましくは2,000～6,000、特に2,300～5,000である。1,000未満では潤滑剤の潤滑性が不良となり、10,000を超えると潤滑剤の動粘度が高くなりすぎる。 $M_w$ は、ゲルパーミエーションクロマトグラフィー（GPC）を使用して以下の条件で測定する。

測定機器：東ソー社製LC8120

溶離液：種類 THF

流速：0.6（ml/分）

カラム：KF-802, 803, 804

基準物質：ポリエチレングリコール

#### 【0024】

炭素数8～12の脂肪族モノカルボン酸としては、具体的には、アルカン酸例えばオクタン酸、2-エチルヘキサン酸、ノナン酸、デカン酸、ウンデカン酸、ドデカン酸等が挙げられる。これらの内、好ましいのはオクタン酸、ノナン酸、及びデカン酸、特にオクタン酸、ノナン酸である。炭素数が8未満であると金属が錆易くなり、12を超えると潤滑剤が泡立ち易く使用し辛くなる。

炭素数8～12の脂肪族ジカルボン酸としては、具体的には、例えばアゼライン酸、セバシン酸、ドデカン二酸等が挙げられる。これらの内、好ましいのはアゼライン酸、特にセバシン酸である。炭素数が8未満であると金属が錆易くなり、12を超えると潤滑剤が泡立ち易く使用し辛くなる。

これらのうち好ましいものは、炭素数8～10の脂肪族モノカルボン酸である。

これらは2種以上併用してもよく、併用する割合は脂肪族モノカルボン酸と脂肪族ジカルボン酸が10：90～50：50である。

#### 【0025】

本発明における金属加工用潤滑剤において、（A）と（B）の配合比率は、（A）100重量部に対して（B）が通常1～400重量部であり、好ましくは5～100重量部であり、より好ましくは10～50重量部である。（B）の量が1未満であると金属が錆易く潤滑性も不良になりやすい。400を超えると潤滑剤のオイル分離性が不良となる。

本発明の金属加工用潤滑剤において、必要に応じて脂肪族アミンのアルキレンオキシサイド付加物（C）を配合してもよい。（C）の配合比率は、（A）100重量部に対して好ま

しくは1～40重量部であり、より好ましくは、5～30重量部である。(C)が1以上であると潤滑剤のオイル分離性が良好となり、40以下であると潤滑性が良好となる。

(C)としては、炭素数1～10又はそれ以上のアルキルモノアミン(メチルアミン、エチルアミン、ジエチルアミン、プロピルアミン、ブチルアミン、オクチルアミン等)；炭素数2～18又はそれ以上のアルキレンジアミン(エチレンジアミン、1,2-及び1,3-プロピレンジアミン、ヘキシレンジアミン、オクチレンジアミン、デシレンジアミン及びドデシレンジアミン等)及び炭素数4～18又はそれ以上のポリアルキレンポリアミン(アミン数；好ましくは3～6)(ジエチレントリアミン、トリエチレンテトラミン、テトラエチレンペンタミン、ペンタエチレンヘキサミン、ヘキサメチレンペンタミン等のポリエチレンポリアミン等)の炭素数2～4のアルキレンオキシド(例えばEO、PO)の付加物が挙げられる。アルキレンオキシドの付加モル数は、アミンのN原子1個当たり好ましくは0.5～2モルである。0.5～2であるとオイル分離性が良好となる。好ましくはPOの付加物であり、付加モル数は1～2モルが好ましい。

(C)の具体例としてはブチルアミンPO4モル付加体、オクチルアミンPO2モル付加体、エチレンジアミンPO4モル付加体、ジエチレントリアミンPO5モル付加体、テトラエチレンペンタミンPO7モル付加体が挙げられる。好ましいのはポリアルキレンポリアミンのPO付加である。

#### 【0026】

本発明の金属加工用潤滑剤に、必要により水を含有させてもよい。水を使用する場合、(A)の含量が好ましくは5～90重量%、より好ましくは10～50重量%になるように水で希釈しておき、使用時に更に水で希釈して使用する。

本発明の金属加工用潤滑剤は、必要によりさらに酸化防止剤、極圧添加剤、防錆剤、及び消泡剤などの添加剤を加えて金属加工用潤滑剤組成物として使用することができる。これらの添加剤は2種以上を併用してもよい。

#### 【0027】

酸化防止剤としては、フェノール系酸化防止剤[例えば2,4-ジメチル-6-tert-ブチルフェノール、4,4-ブチリデンビス(6-tert-ブチルメタクレゾール)等]；アミン系酸化防止剤(例えばフェニル- $\alpha$ -ナフチルアミン、フェニル- $\beta$ -ナフチルアミン等)；ジアルキル(炭素数1～36)ジチオリン酸亜鉛；ジアリル(炭素数3～36)ジチオリン酸亜鉛；有機硫化合物(例えば4,4'-チオビス(3-メチル-6-tert-ブチルフェノール等)；等が挙げられる。

#### 【0028】

極圧添加剤としては、鉛石けん(ナフテン酸鉛等)；硫黄化合物(硫化オレイン酸等の硫化脂肪酸、硫化脂肪酸エステル、硫化スパーム油、硫化テルペン、ジベンジルダイサルファイド、炭素数8～24のアルキルチオプロピオン酸のアミン塩又はアルカリ金属塩、炭素数8～24のアルキルチオグリコール酸のアミン塩又はアルカリ金属塩等)；塩素化合物(塩素化ステアリン酸、塩素化パラフィン、クロロナフサザンテート等)；リン化合物(トリクレジルホスフェート、トリブチルホスフェート、トリクレジルホスファイト、n-ブチルジ-n-オクチルホスフィネート、ジ-n-ブチルジヘキシルホスホネート、ジ-n-ブチルフェニルホスホネート、ジブチルホスホロアミデート、アミンジブチルホスフェート等)等が挙げられる。

#### 【0029】

防錆剤としては、例えば有機アミン(脂肪族アミン、例えばラウリルアミン、オレイルアミン；複素環式アミン、例えばモルホリン；アルカノールアミン、例えばモノエタノールアミン、トリエタノールアミン、イソプロパノールアミン、N-ジメチルアミノエタノールアミン、イソプロパノールアミン等)；炭素数14～36の脂肪族モノカルボン酸とそのアミド(ミリスチン酸、パルミチン酸、オレイン酸、オレイルアミド等)；炭素数6～36のアルケニルコハク酸とそのアミド(ドデセニルコハク酸、ペンタデセニルコハク酸、オクテニルコハク酸アミド等)；芳香族カルボン酸(安息香酸、p-tert-ブチル安

息香酸、ニトロ安息香酸等) ; シクロヘキシルアミンナイトライト ; ベンゾトリアゾール ; メルカプトベンゾチアゾール ; N, N' - ジサリチリデン - 1, 2 - ジアミノプロパン ; アリザリン等が挙げられる。尚、炭素数 14 ~ 36 の脂肪族カルボン酸とそのアミド及び炭素数 6 ~ 36 のアルケニルコハク酸とそのアミドは、油性向上剤としての機能も有する。

消泡剤としては分子量 100 ~ 1, 000 のポリオルガノシロキサン (例えばポリジメチルシロキサン等) 等が挙げられる。

#### 【0030】

本発明の金属加工用潤滑剤組成物中、(A) の含量は、好ましくは 5 ~ 90 重量%、より好ましくは 10 ~ 50 重量% である。水の含量は、好ましくは 95 重量% 以下、より好ましくは 10 ~ 50 重量%、特に好ましくは 20 ~ 50 重量% である。酸化防止剤を使用する場合の含量は、好ましくは 0.0001 ~ 2 重量%、特に 0.001 ~ 1% である。極圧添加剤を使用する場合の含量は、好ましくは 10 重量% 以下、より好ましくは 5 重量% 以下である。防錆剤を使用する場合の含量は、好ましくは 25 重量% 以下、より好ましくは 1 ~ 20 重量% である。消泡剤を使用する場合の含量は、好ましくは 1000 ppm 以下、より好ましくは 10 ~ 500 ppm である。

#### 【0031】

本発明の金属加工用潤滑剤は、切削油、研削油、研磨油、穿孔油、摺動面潤滑油、圧延油、打ち抜き油、引き抜き油、プレス油、鍛造油、焼き入れ油、アルミディスク及びシリコンウエハの研磨、切断などの加工に用いる金属加工油に用いることができる。適用できる金属としては、鉄鋼、鋳鉄、アルミ、合金鋼、ステンレス、銅、真ちゅう等が挙げられる。

また、本発明の金属加工用潤滑剤に種々の添加剤を加えた金属加工用潤滑剤組成物は、好ましくは、水で希釈 (例えば、重量基準で 10 ~ 100 倍) して使用する。特に (A) の含量が 0.5 ~ 3 重量% (特に 1 ~ 2 重量%)、(B) の含量が 0.1 ~ 2 重量% (特に 0.4 ~ 2 重量%) となるように希釈して用いるのが好ましい。この組成物は水溶性のソリューション系金属加工用潤滑剤として好適に使用できる。

#### 【0032】

##### 【実施例】

以下の実施例によって本発明を詳細に説明するが、本発明はこれに限定されるものではない。なお、特記しない限り、文中の%は重量%を表す。

#### 【0033】

試験方法は、以下のとおりである。

##### <試験液の調整>

泡立ち性、オイル分離性及び潤滑性の評価は、後記する表 1 の組成物を水で 5% に希釈して実施した。

##### (1) 潤滑性

潤滑性は振動摩擦摩耗試験機 (オプチモール社製 SRV 試験器) を用い、鋼球と平面の鋼円盤との点接触 (荷重 200 N) における摩擦係数及び鋼球上の摩耗痕径を観察することにより、評価した。試験条件を下記に示す。

##### <潤滑性試験条件>

振幅 : 2 mm

振動数 : 50 Hz

温度 : 30 °C

時間 : 10 分間

摩擦係数 : 時間 10 分間の平均

油膜切れ : 摩擦係数 ( $\mu$ ) が変動する状態を見た。(摩擦係数が大きく振れる状態)

○ : なし ( $\mu$  安定)、△ : あり ( $\mu$  変動幅小)、× : あり ( $\mu$  変動幅大)

摩耗直径 : 10 mm 鋼球 (SUJ-2) の摩耗直径 (mm)

#### 【0034】

## (2) 泡立ち性

泡立ち性は、J I S K 2 5 1 8 石油製品－潤滑油－泡立ち試験法 に準じて行い、空気吹き込み直後の泡立ち容量と吹き込み停止 5 分後の泡の容量を測定した。

## (3) オイル分離性

オイル分離性は、共栓つき 1 0 0 m l メスシリンダーに、試験液を 9 0 m l と摺動面油（ダイナウエイ 6 8：コスモ石油製）1 0 m l を入れ、3 0 秒間振とう後、静置して 5 分後の分離したオイル層とクリーム層の容量を読みとった。

## 【0 0 3 5】

## 製造例 1

ガラス製オートクレーブにメタノール 3 2 g（1 モル）と K O H 0. 6 g を仕込み、耐圧 10  
滴下ロートから P O 2 6 1 g（9 モル）を 1 1 0 ℃で 1 0 時間かけて滴下した。その後、  
1 3 0 ℃で圧力が平衡になるまで反応させた。続いて、E O 1, 0 0 0 g（2 2. 7 モル）  
と P O 1, 0 0 0 g（1 7. 2 モル）を 1 2 5 ℃で滴下し、同温度で圧力が平衡になる  
まで反応した。その後、さらに P O 2 6 1 g（9 モル）を 1 1 0 ℃で滴下反応させ、圧力  
が平衡になるまで反応した。冷却後、吸着処理剤〔協和化学工業社製キョーワード 6 0 0  
及びキョーワード 1 0 0 0。以下同様とする。〕で処理し、濾過し、減圧脱水して、メタ  
ノールに P O 9 モル、E O 2 2. 7 モルと P O 1 7. 2 モルのランダム、及び P O 9 モル  
が付加したポリエーテル 2 5 2 2 g（A－1）を得た。H L B が 1 0. 3, M w が 2 5 5  
0 であった。

## 【0 0 3 6】

## 製造例 2

ガラス製オートクレーブにヘキシレングリコール 1 1 8 g（1 モル）と K O H 7. 5 g を  
仕込み、耐圧滴下ロートから E O 1 4 9 6 g（3 4 モル）と P O 5 2 2 g（9 モル）を 1  
2 5 ℃で滴下した。その後、同温度で圧力平衡になるまで反応させた後、さらに、P O 9  
8 6 g（1 7 モル）を温度 1 1 0 ℃で滴下させ、同温度で圧力平衡になるまで反応した。  
冷却後、吸着処理剤で処理し、濾過し、減圧脱水して、ヘキシレングリコールに E O 3 4 モル  
と P O 9 モルのランダム、及び P O 1 7 モルが付加したポリエーテル 3 0 9 0 g（A－2  
）を得た。H L B が 1 1. 9, M w が 3 1 0 0 であった。

## 【0 0 3 7】

## 製造例 3

ガラス製オートクレーブにグリセリン 9 2（1 モル）g と K O H 1 0 部を仕込み、耐圧滴  
下ロートから E O 1 7 6 0 g（4 0 モル）と P O 9 8 6 g（1 7 モル）を 1 2 5 ℃で滴下  
した。その後、同温度で圧力平衡になるまで反応させた後、さらに、P O 6 9 6 g（1 2  
モル）を 1 1 0 ℃で滴下させ、圧力平衡になるまで同温度で反応させた。冷却後、吸着処  
理剤で処理し、濾過し、減圧脱水して、グリセリンに E O 4 0 モルと P O 1 7 モルのランダム  
、および P O 1 2 モルが付加したポリエーテル 3 5 0 3 g（A－3）を得た。H L B が 1  
2. 5, M w が 3 5 0 0 であった。

## 【0 0 3 8】

## 製造例 4

ガラス製オートクレーブにエチレングリコール 6 2 g（1 モル）と粉末 K O H 7. 5 g を 40  
仕込み、耐圧滴下ロートから E O 8 8 0 g（2 0 モル）と P O 8 7 0 g（1 5 モル）を温  
度 1 2 5 ℃で滴下し、同温度で圧力平衡になるまで反応させた。続いて、1, 2－ブチレ  
ンオキシド 2 1 6 g（3 モル）と P O 2 3 2 g（4 モル）を滴下ロートから滴下し、温度  
1 1 0 ℃で圧力平衡になるまで反応させた。冷却後、吸着処理剤で処理し、濾過し、減圧脱水  
して、エチレングリコールに E O 2 0 モルと P O 1 5 モルのランダム、及びブチレンオキ  
シド 3 モルと P O 4 モルのランダムのポリエーテル 2 2 3 4 g（A－4）を得た。H L B  
が 1 0. 7, M w が 2 2 0 0 であった。

## 【0 0 3 9】

## 比較製造例 1

ガラス製オートクレーブにポリエチレングリコール（数平均分子量 2, 0 0 0）2 0 0 g 50

(0.1モル)と粉末KOH 0.75 gを仕込み、耐圧滴下ロートからPO 300 g (5.2モル)を温度110℃で滴下し、同温度で圧力平衡になるまで反応させた。冷却後、吸着処理剤で処理し、減圧脱水して、HLBが10.5、Mwが5000のポリエチレングリコールのPOブロック付加体493 g (A'-1)を得た。

【0040】

比較製造例2

ガラス製オートクレーブにn-ブタノール74 g (1モル)とKOH 4.8 gを仕込み、耐圧滴下ロートからEO 915.2 g (20.8モル)とPO 916.4 g (15.8モル)の混合物を110℃で15時間かけて滴下した。その後、130℃で10時間反応させ、冷却した。冷却後、吸着処理剤で処理し、濾過し、減圧脱水して、HLBが11.6、Mwが1900のn-ブタノールのEO 20.8モル/PO 15.8モルランダム付加物1888 g (A'-2)を得た。

【0041】

比較製造例3

ガラス製オートクレーブにポリプロピレングリコール(数平均分子量1,750) 1750 g (1モル)とKOH 0.7 gを仕込み、耐圧滴下ロートからEO 117 g (2.7モル)を130℃で2時間かけて滴下した。その後、130℃で4時間反応させ、冷却した。冷却後、吸着処理剤で処理し、濾過し、減圧脱水して、HLBが5.5、Mwが1860のポリプロピレングリコールのEO 2.7モル付加物1849 g (A'-3)を得た。

【0042】

比較製造例4

ガラス製オートクレーブにメタノール32 g (1モル)とKOH 0.2 gを仕込み、耐圧滴下ロートからPO 174 g (3モル)を100℃で2時間かけて滴下後、EO 264 g (6モル)とPO 290 g (5モル)を130℃で5時間かけて滴下し、同温度で圧力平衡になるまで反応させた。続いて、PO 174 g (3モル)を滴下ロートから滴下し、圧力平衡になるまで反応させた。冷却後、吸着処理剤で処理し、減圧脱水して、HLBが9.2、Mwが930のメタノールのPO 3モル、EO 6モルとPO 5モルのランダム、およびPO 3モルのブロック付加体934 g (A'-4)を得た。

【0043】

実施例1～6、比較例1～6

下記の表1に示す配合処方に基づいて、実施例1～6、比較例1～6の金属加工用潤滑剤組成物を得た。(単位は重量部)

【0044】

【表1】

10

20

30

	実 施 例						比 較 例					
	1	2	3	4	5	6	1	2	3	4	5	6
E 1	40				40	40					40	20
E 2		40										
E 3			40									
E 4				40								
E' 1							40					
E' 2								40				
E' 3									40			
E' 4										40		
セバシン酸		4						4				
カプリル酸	5		5	5	10	10	5		5	5	0.5	30
エチレンジアミン (PO)4		15	10									
ジエチレントリアミン (PO)5				20	10	10		5				
トリエタノールアミン	10	5			5		10	15	10	10	1.5	25
水	45	36	45	35	35	40	45	36	45	45	58	25

10

20

## 【0045】

表1に記載の金属加工用潤滑剤組成物を用いて、製品外観、油膜切れ、摩擦係数および摩擦直径、泡立ち性、オイル分離性を測定した結果を表2に示す。

## 【0046】

## 【表2】

		実 施 例						比 較 例					
		1	2	3	4	5	6	1	2	3	4	5	6
製品外観		○	○	○	○	○	○	○	○	○	○	×	○
泡立ち性(ml) (直後→5分後)		0→0	0→0	0→0	0→0	0→0	0→0	20→0	50→10	90→40	10→0	10→0	40→20
潤滑性	油膜切れ	○	○	○	○	○	○	△	○	○	△	×	×
	摩擦係数	0.105	0.100	0.115	0.105	0.120	0.115	0.125	0.110	0.115	0.130	0.158	0.122
	摩擦直径 (mm)	0.515	0.495	0.510	0.510	0.515	0.500	0.535	0.500	0.535	0.530	0.620	0.555
オイル分離性 (オイル分-1) (ml)		9-1	10-0	10-0	10-0	10-0	10-0	8-2	8-2	7-3	10-0	8-2	8-4

30

## 【0047】

## 【発明の効果】

本発明のポリエーテル系金属加工用潤滑剤は、オイル分離性、潤滑性、低泡性に優れるという効果を奏する。そのため、切削油、摺動面潤滑油、圧延油、引き抜き油、プレス油、鍛造油、アルミディスクおよびシリコンウエハの研磨・切断等の加工に用いる金属加工用潤滑剤として極めて好適である。

40

---

フロントページの続き

(51)Int.Cl.

F I

テーマコード (参考)

C 1 0 M 129/42	C 1 0 M 129/42	
C 1 0 M 133/04	C 1 0 M 133/04	
C 1 0 M 145/34	C 1 0 M 145/34	
C 1 0 M 145/36	C 1 0 M 145/36	
C 1 0 M 149/04	C 1 0 M 149/04	
// C 1 0 N 20:00	C 1 0 N 20:00	Z
C 1 0 N 20:04	C 1 0 N 20:04	
C 1 0 N 30:00	C 1 0 N 30:00	Z
C 1 0 N 30:18	C 1 0 N 30:18	
C 1 0 N 40:20	C 1 0 N 40:20	